4.1 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика измерений массовой концентрации диметиламина в пробах питьевых, природных, очищенных сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом

Методические указания по методам контроля
МУК 4.1.0С$\mathcal{Y}$ – 13

Федеральное медико-биологическое агентство

Москва 2013

gost.e-ecolog.ru

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 Разработаны Федеральным государственным бюджетным учреждением Государственный научный центр Российской Федерации - «Федеральный медицинский биофизический центр имени А.И. Бурназяна» Федерального медико-биологического агентства (ФГБУ ГНЦ ФМБЦ им. А.И. Бурназяна) (Л.П.Болтромеюк, Т.В.Рябова).

2 Методика аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 и ГОСТ Р ИСО 5725-2002 Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ») Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии и выдано Свидетельство № 222.0164/01.00258/2012 от 17.07.2012 г.

3 Утверждены и введены в действие заместителем руководителя ФМБА России, Главным государственным санитарным врачом по обслуживаемым организациям и обслуживаемым территориям (протокол от «28» февраля 2013 г. № 01).

4 Введены взамен МУК 4.1.017-07 «Методика выполнения измерения массовой концентрации диметиламина в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод фотоколориметрическим методом».

Федеральный закон Российской Федерации от 30 марта 1999 г. № 52-ФЗ

"О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения"

«...Санитарно-эпидемиологическое благополучие населения – состояние здоровья населения, среды обитания человека, при котором отсутствует вредное воздействие среды обитания на человека и обеспечиваются благоприятные условия его жизнедеятельности...» (статья 1).

«Критерии безопасности и (или) безвредности для человека водных объектов, в том числе предельно допустимые концентрации в воде химических, биологических веществ, микроорганизмов, уровень радиационного фона устанавливаются санитарными правилами» (статья 18).

«Соблюдение санитарных правил является обязательным для граждан, индивидуальных предпринимателей и юридических лиц» (статья 39).

«За нарушение санитарного законодательства устанавливается дисциплинарная, административная и уголовная ответственность, в соответствии с законодательством Российской Федерации» (статья 55).

СОДЕРЖАНИЕ

		Стр.
1	**ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**	4
2	**НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ**	5
3	**ТЕРМИНЫ, ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ**	7
4	**ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ**	9
4.1	Физико-химические и токсические свойства диметиламина	9
4.2	Метод измерений	10
4.3	Приписанные характеристики погрешности измерений и её составляющих	10
5	**СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ**	11
5.1	Средства измерений	11
5.2	Вспомогательные устройства и материалы	11
5.3	Реактивы	12
6	**ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**	12
7	**ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ**	14
8	**УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ**	14
9	**ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ**	14
9.1	Подготовка фотометра к работе	14
9.2	Приготовление растворов	14
10	**ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ**	17
11	**ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ**	17
11.1	Ход измерений	17
11.1.1	Проведение анализа	17
11.1.2	Построение градуировочного графика	18
11.1.3	Контроль стабильности градуировочного графика	18
12	**ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**	21
13	**ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**	21
14	**ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ**	22
15	**КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ**	22
	БИБЛИОГРАФИЯ	23
	ПРИЛОЖЕНИЕ: расчет метрологических характеристик аттестованных растворов диметиламина	25

МУК 4.1.028 - 13

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель руководителя Федерального
медико-биологического агентства
Главный государственный санитарный
врач по обслуживаемым организациям и
обслуживаемым территориям



_____ В. В. Романов
"28" февраля 2013 г.

Дата введения: с момента утверждения

4.1 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика измерений массовой концентрации диметиламина в пробах питьевых, природных и очищенных сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом

Методические указания по методам контроля

МУК 4.1.028 -13

I ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1 Настоящие методические указания по методам контроля устанавливают фотометрическую методику измерений массовой концентрации диметиламина в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод в диапазоне (0,03 – 10,0) мг/дм^3.

1.2 Методика предназначена для применения в лабораториях научно-исследовательских организаций и центров гигиены и эпидемиологии ФМБА России, осуществляющих оценку соответствия гигиеническому нормативу содержания диметиламина в воде, а также может быть использована в производственных лабораториях предприятий, специализирующихся на проведении аналогичных исследований.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящих методических указаниях использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГН 2.1.5.1315-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования» (зарегистрированы в Министерстве юстиции Российской Федерации 19 мая 2003 г., регистрационный № 4568)

ГОСТ 1.5-2001 Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Общие требования к построению, изложению, оформлению, содержанию и обозначению

ГОСТ 8.207-76 Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения

ГОСТ 8.315-97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 8.417-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Единицы величин

ГОСТ 12.0.003-74 Система стандартов безопасности труда. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010-76 Система стандартов безопасности труда. Взрывоопасность. Общие требования

ГОСТ 12.4.004-74 Система стандартов безопасности труда. Респираторы фильтрующие противогазовые РПГ-67. Технические условия

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 17.1.1.01-77 Охрана природы. Гидросфера. Использование и охрана вод. Основные термины и определения

ГОСТ 17.1.3.08-82 Охрана природы. Гидросфера. Правила контроля качества морских вод

ГОСТ 17.1.3.13-86 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к охране поверхностных вод от загрязнения

ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная, цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7328-2001 Гири. Общие технические условия

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы, бытовые. Общие технические условия

ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетенции испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 22153-76 Реактивы. Гидразин дигидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические условия

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-8) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 1.4-2004 Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты организаций. Общие положения

ГОСТ Р 1.5-2004 Стандартизация в Российской Федерации. Правила построения, изложения, оформления и обозначения

ГОСТ Р 8.563-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 12.1.019-2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р ИСО 5725(1-6)-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений

Примечание - При пользовании методикой целесообразно проверять действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по

состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменён (изменён), то при пользовании методикой следует руководствоваться заменяющим (изменённым) документом. Если ссылочный документ отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 ТЕРМИНЫ, ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

В настоящих методических указаниях применяются следующие термины с соответствующими определениями:

- **методика измерений**: Совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с установленными показателями точности;

- **результат измерений:** Значение характеристики, полученное выполнением регламентированного метода измерений /ГОСТ Р ИСО 5725-1/;

- **аттестация методик** выполнения измерений: Исследование и подтверждение соответствия методик (методов) измерений установленным метрологическим требованиям к измерениям;

- **методические указания по методам контроля (МУК)**: Документ, содержащий обязательные для исполнения требования к методам контроля и методикам качественного и количественного определения химических, биологических и физических факторов среды обитания человека, оказывающих или которые могут оказать опасное и вредное влияние на здоровье населения /Р 1.1.002, Р 1.1.003/ [1,2];

- **показатель точности измерений:** Установленная характеристика точности любого результата измерения, полученного при соблюдении требований и правил данной методики измерений /ГОСТ Р 8.563/;

- **аттестованная смесь веществ (аттестованная смесь)**; АС: Смесь двух и более веществ (материалов), приготовленная по документированной методике, с установленными в результате аттестации по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления значениями величин, характеризующих состав смеси /РМГ 60/ [3];

- **метрологические характеристики** АС: Характеристики, предназначенные для определения результатов измерений, выполняемых с применением АС, а также для оценивания погрешностей этих результатов /РМГ 60/ [3];

- **аттестуемая характеристика АС:** Величина, характеризующая содержание определенного компонента вещества (материала) АС, значение которой подлежит установлению при аттестации АС /РМГ 60 / [3];

- **аттестованное значение АС:** Значение аттестуемой характеристики АС, установленное при аттестации АС /РМГ 60/ [3];

- **погрешность аттестованного значения АС** (погрешность АС): Отклонение аттестованного значения АС от истинного значения аттестуемой характеристики экземпляра;

- **метрологические характеристики АС:** Характеристики, предназначенные для определения результатов измерений, выполняемых с применением АС, а также для оценки погрешностей этих результатов /РМГ 60/ [3];

- **природная вода:** Воды Земли с содержащимися в них твердыми, жидкими и газообразными веществами / ГОСТ 19179/;

- **поверхностные воды:** Воды, находящиеся на поверхности суши в виде различных водных объектов / ГОСТ 19179/;

- **сточная вода (в том числе сточная нормативно-очищенная):** Воды, отводимые после использования в бытовой и производственной деятельности человека /ГОСТ 17.1.1.01/;

- **нормативно-очищенные сточные воды:** Сточные воды, отведение которых после очистки в водные объекты не приводит к нарушению норм качества воды в контролируемом створе /ГОСТ 17.1.1.01/;

- **питьевая вода:** Вода по качеству в естественном состоянии или после подготовки отвечающая гигиеническим нормативам и предназначенная для удовлетворения питьевых и бытовых потребностей человека либо для производства продукции, потребляемой человеком /ГОСТ 30813/;

- **проба воды:** Определенный объем воды, отобранный для исследования её состава и свойств /ГОСТ 30813/;

- **вода водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно- бытового водопользования:** Подземные и поверхностные водоисточники, используемые для централизованного и нецентрализованного водоснабжения населения, для рекреационного и культурно-бытового водопользования, а также питьевая вода и вода в системах горячего водоснабжения / ГН 2.1.5.1315/;

- **предельно допустимая концентрация (ПДК) химического вещества в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования:**

Максимальная концентрация вещества в воде, которая при поступлении в организм в течение всей жизни не должна оказывать прямого или опосредованного влияния на здоровье населения в настоящем и последующем поколениях, в том числе в отдаленные сроки жизни, а также не ухудшать гигиенические условия водопользования /ГН 2.1.5.1315/;

- **предельно допустимая концентрация веществ в воде:** Концентрация веществ в воде, выше которой вода непригодна для одного или нескольких видов водопользования /ГОСТ 27065/.

4 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

4.1 Физико-химические и токсические свойства диметиламина [4]

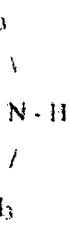
Диметиламин

Химическое название по IUPAC – N – метилметанамин

Регистрационный номер по CAS 124-40-3

Молекулярная формула $N\,H(CH_3)_2$

Структурная формула



Температура кипения при 760 мм рт. ст. 6,9°С.

Температура плавления 92,2°С.

Плотность d_4^{20} = 0,6540 г/см^3

d_4^0 = 0,6804 г/см^3

Молекулярная масса 45,09.

Диметиламин – бесцветное газообразное вещество с аммиачным запахом. Хорошо растворим в воде, спирте и в органических растворителях, характеризуется основными свойствами. С минеральными кислотами дает аммиачные соли. Вступает в реакцию ацетилирования, в присутствии окислов азота является основным источником образования нитрозодиметиламина в воздухе. Встречается в природе как продукт гниения белковых веществ.

Диметиламин относится к веществам II класса опасности с пометкой «Требуется специальная защита кожи и глаз» [4]. При ингаляционном пути поступления в организм диметиламин является высокотоксичным веществом. Клиническая картина отравления характеризуется симптомами резкого раздражения верхних дыхательных путей и глаз,

одышкой, цианозом, возбуждением нервной системы с последующим ее угнетением, нарушением нейроэндокринной, сердечно – сосудистой, дыхательной систем и печени.

При повторном поступлении в организм кумулятивные свойства выражены слабо.

Диметиламин обладает выраженным действием – при попадании на кожу вызывает некроз.

Порог восприятия запаха колеблется от 0,03 до 2,5 мг/м^3; порог раздражающего действия – 50 мг/м^3.

Предельно допустимая концентрация диметиламина в воде водных объектов 0,1 мг/дм^3. (Гигиенические нормативы ГН 2.1.5.1315-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования»).

4.2 Метод измерений

Метод измерения основан на отгонке диметиламина из щелочной среды с парами воды и анализе по реакции с 1,2-нафтохинон-4-сульфокислоты натриевой соли с образованием окрашенного соединения, имеющего максимум поглощения при длине волны 440 нм.

4.3 Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих

Методика измерений обеспечивает получение результатов с погрешностью, не превышающей значений, представленных в таблице 1.

Таблица 1-Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (граница систематической погрешности методики при доверительной вероятности P=0,95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (граница относительной погрешности методики при доверительной вероятности P=0,95), $\pm\delta$, %
от 0,03 до 10,0 вкл.	8	12	9	25

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики измерений в конкретной лаборатории.

5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

5.1 Средства измерений

При выполнении измерений применяются средства измерений (СИ) согласно таблице 2.

Таблица 2-Средства измерений

Наименование средства измерения (обозначение стандарта, ТУ, ТД на СИ)	Наименование измеряемой величины	Погрешность
Фотометр фотоэлектрический КФК-3, ТУ 3-3.2164-89 [5]	оптическая плотность	3 %
Весы лабораторные ВЛР-200, 2-го класса, ГОСТ Р 53228-2008, ГОСТ 24104-2001 [6]	миллиграмм	0,75
Весы электронные Scout SC «OHAUS», 4-го класса, ГОСТ 24104-2001 [6]	грамм	0,01
Пипетки мерные, ГОСТ 29227-91 2-1-2-1 2-1-2-5 2-1-2-10	кубический сантиметр	 ± 0,01 ± 0,05 ± 0,05
Колбы мерные, ГОСТ 1770-74 2-100-2	кубический сантиметр	 ± 0,2
Цилиндр мерный, ГОСТ 1770-74 2-100	кубический сантиметр	 ± 0,5

5.2 Вспомогательные устройства и материалы

Прибор для отгонки проб, состоящий из следующих деталей:	Рисунок
-колба круглодонная тип ККШ вместимостью 250 или 500 см^3, 29/32 ТС с дефлегматором 14/23	ГОСТ 25336-82
-холодильник типа ХШ 200 14/23	ГОСТ 25336-82
-цилиндр мерный (приемник) 1-25,3-25 или мерный стакан вместимостью 50 см^3	ГОСТ 1770-74 ГОСТ 25336-82

Плитка электрическая бытовая	ГОСТ 14919-83
Пробирки химические П 2-16-150ХС; П 2-19-150ХС	ГОСТ 25336-82
Воронки лабораторные	ГОСТ 25336-82
Воронки В-75-110ХС	ГОСТ 25336-82
Колбы конические КН-1-500 29/32	ГОСТ 25336-82
Стаканчик СН-60/14	ГОСТ 25336-82
Эксикатор 2-190(100)	ГОСТ 25336-82
Штатив лабораторный ШЛ-02	ТУ У 33.14310460-107-2001 [7]
Штативы для пробирок на 40 гнезд	ТУ У 25.2-14307481-046:2008 [8]
Стакан В-1-600ТС, В-1-1000ТС	ГОСТ 25336-82
Дистиллятор ДЭ-40	ТУ 9452-002-22213860-00 [9]
Линейка чертежная	ГОСТ 17435-72

5.3 Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Dimethylammoniym chlorid ,$(CH_3)_2NH{\cdot}HCl$. (диметиламин гидрохлорид), массовая доля основного вещества 99,9 %, погрешность 0,1%	Merck-Schuchardt
Диметиламин, ч, 33%	ТУ 6-09-1426-84 [10]
Натрия гидроксид, хч	ГОСТ 4328-77
Хлороформ, ч.д.а или хч	ГОСТ 20015-88
Кислота соляная, 0,1 моль/дм3 (0,1н), стандарт титр	ТУ 2642-001-33813273-97 [11]
Метиловый красный водорастворимый, ч.	ТУ 6-09-5169-75 [12]
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233-77
Соляная кислота, хч	ГОСТ 3118-77
1,2-Нафтохинон-4-сульфокислоты натриевая соль (НХСН), ч.	ТУ 6-09-07-938-77 [13]

Примечание: Допускается применение иных средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов, обеспечивающих показатели точности, установленные для данной методики измерений. Средства измерения должны быть поверены в установленные сроки.

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

К работе допускаются лица, сдавшие экзамен по технике безопасности согласно ГОСТ 12.0.004.

Работы при подготовке и проведению измерений проводятся в соответствии с требованиями безопасности при работе в химической лаборатории ГОСТ 12.0.003, с

химическими реактивами по ГОСТ 12.4.021 и ГОСТ 12.4.007, при эксплуатации электрооборудования ГОСТ Р 12.1.019.

В помещениях для производства работ должны выполняться общие требования пожаро- и взрывобезопасности, установленные в ГОСТ 12.1.010 и ГОСТ 12.1.004.

Все работы с диметиламином проводят в вытяжном шкафу, при включенной вентиляции в спецодежде: халат, защитные очки, резиновые перчатки.

В комнате во время проведения работы не должно быть источника открытого пламени, включенных электроприборов с открытой спиралью.

Около работающего должны находиться средства тушения пожара: песок, асбестовое одеяло, совок, углекислотный огнетушитель. Поблизости должны быть противогаз и средства дегазации.

При работе и хранении запрещается размещать ёмкости с продуктом рядом с легкоокисляющимися веществами, концентрированными кислотами и органическими соединениями.

Хранить диметиламин разрешается в стеклянной таре с хорошо закрытой пробкой, вдали от огня, избегать трения, ударов.

На рабочем месте продукт хранить в вытяжном шкафу в опечатанном ящике, сейфе. Норма хранения на рабочем месте не более 1 г.

После окончания работ провести дегазацию рабочего места, посуды, средств защиты с помощью большого количества воды

При проливах растворы продукта собираются в отдельную посуду для отходов, а загрязненное место промывают большим количеством воды.

При попадании продукта в глаза и на кожу, промыть большим количеством воды или слабым раствором бикарбоната натрия (соды).

Основной исходный раствор хранится в склянке с пришлифованной пробкой в холодильнике не более месяца. Рабочий аттестованный раствор хранится в колбе с пришлифованной пробкой в холодильнике в течение недели.

Отработанные растворы сливают в специальную емкость.

В случае пролива продукта, необходимо надеть респиратор «Лепесток», собрать его в металлическую емкость, загрязненную поверхность тщательно промыть водой, смывные воды также собрать в емкость. Разбавить содержимое емкости до величины гигиенического норматива (ГН.2.1.5. 1315-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования») 0,1 мг/л и слить в канализацию.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ

К выполнению измерений и обработке их результатов могут быть допущены лица, имеющие квалификацию не ниже лаборанта–химика со средним специальным образованием, знакомые с действующими правилами и техникой безопасности работы с диметиламином.

8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдаются следующие условия:

Температура окружающего воздуха, °С	+10...+35
Атмосферное давление, мм рт.ст.	630 – 800
Относительная влажность воздуха, %	30 - 85
Напряжение в сети, В	220 ± 20

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Подготовка фотометра к работе

Подготовка фотометра к работе и вывод прибора на рабочий режим осуществляется в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

9.2 Приготовление растворов

9.2.1 Приготовление аттестованных растворов диметиламина для построения градуировочного графика с использованием диметиламин гидрохлорида

9.2.1.1 Приготовление основного раствора с массовой концентрацией диметиламина 1 мг/см^3

На аналитических весах взвешивают 180,8 мг диметиламин гидрохлорида, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 50-60 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения. Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и вновь тщательно перемешивают. Раствор хранят в колбе с пришлифованной пробкой в холодильнике один месяц.

9.2.1.2 Приготовление аттестованного рабочего раствора № 1 с массовой концентрацией диметиламина 10 мкг/см^3

Пипеткой отбирают 1 см^3 основного раствора и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение одного дня.

9.2.1.3 Приготовление аттестованного рабочего раствора № 2 с массовой концентрацией диметиламина 1 мкг/см^3

Пипеткой отбирают 10 см^3 рабочего раствора № 1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение одного дня.

9.2.2 Приготовление аттестованных растворов диметиламина для построения градуировочного графика с использованием 33% диметиламина

9.2.2.1 Приготовление основного раствора

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 15-20 см^3 дистиллированной воды, 3,5-4,0 см^3 диметиламина, доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Отбирают 5 см^3 раствора в коническую колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 1 каплю раствора метилового красного (п.9.2.7) и титруют, добавляя из бюретки раствор соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/дм^3. Конечную точку титрования устанавливают по переходу окраски раствора из желтой в розовую. Записывают количество см^3 соляной кислоты, пошедшей на титрование. Одновременно титруют не менее трех параллельных проб. За результат берут среднее арифметическое результатов параллельных титрований (V_0), расхождение между которыми не превышает значений предела допускаемой погрешности объема бюретки (см^3).

Расчет концентрации диметиламина в основном растворе производят по формуле:

$$a_0 = \frac{V_0 \cdot m}{V_1}, \text{ мг/см}^3, \qquad (1)$$

где: V_0 – количество раствора соляной кислоты, пошедшее на титрование, см^3;

m – масса диметиламина, рассчитанная по стехиометрическому соотношению продуктов реакции и эквивалентная 1 см^3 раствора соляной кислоты, мг; m = 4,5 мг (4,5 мг/см^3);

V_1 - объем пробы, взятой на титрование, см^3.

Раствор хранят в колбе с пришлифованной пробкой в холодильнике один месяц.

9.2.2.2 Приготовление аттестованного рабочего раствора № 1 с массовой концентрацией диметиламина 10 мкг/ см^3

Пипеткой отбирают такое количество см^3 основного раствора, чтобы получить раствор с массовой концентрацией диметиламина 10 мкг/см^3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Количество см^3 основного раствора, необходимое для приготовления рабочего аттестованного раствора № 1, рассчитывают по формуле:

$$V_3 = \frac{a_1 \cdot V_2}{a_0} \text{ см}^3, \quad (2)$$

где: a_1 - аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе, мкг/см^3; a_1 = 10 мкг/см^3;

V_2 - объем приготовленного рабочего раствора, см^3; V_2 = 100 см^3;

V_3 - объем основного раствора, взятого для приготовления рабочего раствора; см^3;

a_0 - аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в основном растворе, мкг/см^3.

Раствор устойчив в течение одного дня.

9.2.2.3 Приготовление аттестованного рабочего раствора № 2 с массовой концентрацией диметиламина 1 мкг/см^3

Пипеткой отбирают 10 см^3 рабочего раствора № 1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение одного дня

Примечание: Формулы расчета аттестованных значений и характеристик погрешности аттестованных значений массовых концентраций формальдегида в растворах, проводимого по процедуре приготовления в соответствии с РМГ 60 [3], приведены в Приложении.

9.2.3 Приготовление раствора натриевой соли 1,2-нафтохинон-4-сульфокислоты

На аналитических весах взвешивают 0,130 г 1,2-нафтохинон-4-сульфокислоты натриевой соли (НХСН), помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, в которую предварительно наливают ~60-70 см^3 дистиллированной воды. После полного растворения НХСН доливают до метки дистиллированную воду и тщательно перемешивают. Растворы НХСН готовят в день анализа, устойчивы в течение рабочего дня.

9.2.4 Приготовление раствора гидроксида натрия с массовой долей 40%

В стакан из термостойкого стекла помещают 250-300 см^3 дистиллированной воды и медленно, перемешивая стеклянной палочкой, добавляют 200 г гидроксида натрия. После полного растворения добавляют воды до 500 см^3. Приготовленный раствор хранят в полиэтиленовом сосуде. Срок хранения – 3 месяца.

9.2.5 Натрий хлористый

Натрий хлористый нагревают более двух часов в термостате при температуре 150–

160°С. Охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием. Хранят в склянке с притертой пробкой.

9.2.6 Раствор гидроксида натрия молярной концентрации 1 моль/дм^3

4 г гидроксида натрия растворяют в дистиллированной воде, затем объем доводят до 100 см^3. Срок хранения раствора в полиэтиленовом сосуде – 2 месяца.

9.2.7 Раствор метилового красного, 0,2%

0,2 г метилового красного помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, куда предварительно добавлено 50-60 см^3 дистиллированной воды. После растворения объем в колбе доводят до метки дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение трех месяцев.

10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб питьевой воды производится по ГОСТ Р 51593, проб из источников водоснабжения и сточных вод - по ГОСТ 17.1.5.05, ГОСТ Р 51592. Объем отобранной пробы 100-150 см^3. Срок хранения – не более суток при температуре не более 10°С.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Ход измерений

Одновременно анализируют две параллельные пробы.

11.1.1 Проведение анализа

В колбу прибора для отгонки проб (рис.), помещают 25 см^3 анализируемой пробы добавляют 3 см^3 40% гидроксида натрия, (п.9.2.4), подсоединяют к холодильнику, отгоняют 15 см^3 пробы в мерный цилиндр или мерный стакан вместимостью 50 см^3, в которые предварительно наливают 10 см^3 дистиллированной воды. На мерном стакане предварительно ставят метку, соответствующую общему объему отгона в 25 см^3.

15 см^3 отгона помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 0,2 см^3 раствора гидроксида натрия (п. 9.2.6), 10 см^3 раствора НХСН (п.9.2.3) и перемешивают содержимое колбы. Через 3-5 минут прибавляют 12 см^3 хлороформа, закрывают колбу пробками (корковыми), энергично встряхивают в течение пяти минут и переносят все в делительную воронку. После расслоения нижний хлороформный слой сливают в сухую пробирку. При недостаточно тщательном разделении слоев отмечается незначительная муть, мешающая фотометрированию. В этом случае пробирки необходимо опустить на несколько секунд в теплую воду или добавить на кончике скальпеля хлористый натрий (п. 9.2.5) и встряхнуть содержимое.

Оптическую плотность анализируемой пробы измеряют на фотометре КФК-3 в кюветах с толщиной поглощающего слоя 20 мм при длине волны 440 нм относительно одновременно приготовленной контрольной пробы.

Для приготовления контрольной пробы в мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают 15 см^3 дистиллированной воды и дальнейшую подготовку проводят в тех же условиях, как описано выше при анализе проб.

11.1.2 Построение градуировочного графика

Градуировочный график, выражающий зависимость оптической плотности от концентрации диметиламина, устанавливают по восьми растворам для градуировки.

Для построения градуировочного графика в ряд колб приборов для отгонки проб вносят указанные в таблице 2 количества рабочих аттестованных растворов диметиламина и дистиллированной воды, прибавляют по 3 см^3 40% раствора гидроксида натрия (п.9.2.4), отгоняют 15 см^3 в приемник с 10 см^3 дистиллированной воды, отбирают (после перемешивания) 15 см^3 отгона и в дальнейшем проводят все операции, как описано выше при анализе проб (п.11.1.1).

Таблица 2-Алгоритм приготовления градуировочных растворов диметиламина для построения градуировочного графика

Состав градуировочных растворов	Номер градуировочного раствора								
	0	1	2	3	4	5	6	7	8
Аттестованный раствор с массовой концентрацией диметиламина 1 мкг/см^3, см^3	0	0,5	1,0	2,0					
Аттестованный раствор с массовой концентрацией диметиламина 10 мкг/см^3, см^3					0,5	1,0	2,0	5,0	15,0
Вода дистиллированная, см^3	25,0	24,5	24,0	23,0	24,5	24,0	23,0	20,0	10,0
Масса диметиламина в пробе, мкг	0	0,5	1,0	2,0	5,0	10,0	20,0	50,0	150,0
Массовая концентрация диметиламина, мг/дм^3	0	0,03	0,07	0,13	0,33	0,67	1,33	3,33	10,0

При замене реактивов и средств измерения градуировочный график строят заново.

11.1.3 Контроль стабильности градуировочного графика

Контроль стабильности градуировочного графика необходимо проводить перед

выполнением анализов каждой партии проб, поступивших на анализ.

Для этого берут не менее трех градуировочных растворов диметиламина и анализируют как описано выше.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого выбранного образца следующего условия:

$$X - C \le \Delta_{гр}, \text{ мг/дм}^3, \quad (3)$$

где: X - результат измерения массовой концентрации диметиламина в градуировочном растворе, мг/дм^3;

C - аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в градуировочном растворе, мг/дм^3;

$\Delta_{гр}$ - погрешность установления градуировочной характеристики при использовании методики в лаборатории, мг/дм^3.

Значения $\Delta_{гр}$ устанавливают при построении градуировочного графика. При этом для каждого градуировочного раствора по соответствующим формулам рассчитывают:

- среднее арифметическое значение результатов измерений массовой концентрации диметиламина:

$$\overline{X_i} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n}, \quad (4)$$

где: n - число измерений;

X_i - результат измерения содержания диметиламина в i-ой пробе градуировочного раствора, мг/дм^3.

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(X_i - \overline{X_i})^2}{n-1}}, \quad (5)$$

- доверительный интервал:

$$\Delta\overline{X_i} = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t, \quad (6)$$

где: t - коэффициент нормированных отклонений, определяемых по таблице Стьюдента, при доверительной вероятности 0,95.

- относительную погрешность результата измерения:

$$\delta_{отн} = \frac{\Delta\overline{X_i}}{\overline{X_i}} \cdot 100\%; \quad \Delta_{гр} = 0{,}01\delta_{гр} \cdot C, \text{ мг/дм}^3. \quad (7)$$

- среднее квадратическое отклонение результата измерения:

Прибор для отгонки проб

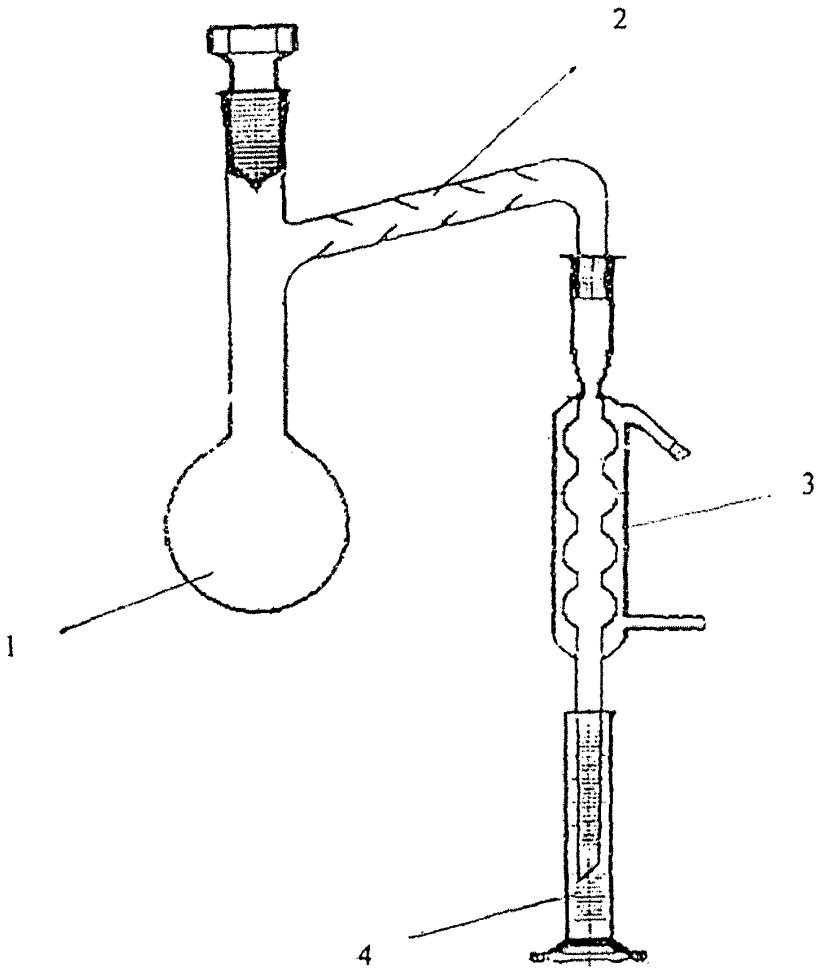


Рис.

1 Колба перегонная вместимостью 250 или 500 см^3

2 Дефлегматор

3 Холодильник шариковый

4 Приемник – цилиндр

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию диметиламина в каждой параллельной пробе в мг/дм^3 находят по градуировочному графику. Если пробы предварительно разбавлялись, учитывают разведение.

За результат анализа ($\overline{X}$) принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 ($\overline{X}=(X_1+X_2)/2$), расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости. Значение предела повторяемости (r) для двух результатов параллельных определений приведено в таблице 3.

При превышении предела повторяемости (r) необходимо дополнительно получить еще два результата параллельных определений. При повторном превышении предела повторяемости необходимо выяснить причины получения неприемлемых результатов параллельных определений и устранить их.

Таблица 3-Диапазон измерений, значение предела повторяемости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений). r, %
от 0,03 до 10,0 вкл	22

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения $\overline{X}$ в документах, выдаваемых лабораторией, может быть представлен в виде: $\overline{X} \pm \Delta$, P=0,95, где $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{X}$ ($\overline{X}$ – массовая концентрация диметиламина в пробе).

Значения δ приведены в таблице 1.

Допустимо результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$\overline{X} \pm \Delta_л$, P=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$, где

$\overline{X}$ - результат измерения, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Результат измерений должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность. Результаты измерений удостоверяются лицом, проводившим измерение, а при необходимости руководителем организации (предприятия), подпись которого заверяется печатью.

Примечание: Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0,84\ \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля результатов измерений.

14 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости приведено в таблице 4.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Таблица 4-Диапазон измерений, значение предела воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,03 до 10,0 вкл	33

15 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

15.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

15.2 Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля $К_д$.

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | \bar{X}' - \bar{X} - C |, \quad (8)$$

где: $\bar{X}'$ - результат контрольного измерения массовой концентрации диметиламина в пробе с известной добавкой;

$\bar{X}$ - результат контрольного измерения массовой концентрации диметиламина в рабочей пробе;

С - величина добавки.

Норматив контроля $K_д$ рассчитывают по формуле:

$$K_д = \sqrt{(\Delta_{л1})^2 + (\Delta_{л2})^2}, \quad (9)$$

где: $\Delta_{л1}$, $\Delta_{л2}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации диметиламина в пробе с добавкой и в рабочей пробе, соответственно.

$\Delta_{л1} = 0{,}01\ \delta_{л1}\ \bar{X}$ ($\bar{X}$ - массовая концентрация диметиламина в пробе);

$\Delta_{л2} = 0{,}01\ \delta_{л2}\ \bar{X}'$ ($\bar{X}'$ - массовая концентрация диметиламина в пробе с добавкой). Значения $\delta_{л1}$ ($\delta_{л2}$) установлены в лаборатории.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_к \leq K_д \quad (10)$$

При невыполнении условия (10) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (10) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

БИБЛИОГРАФИЯ

[1] Р 1.1.002-96 Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования. Руководство. Классификация нормативных и методических документов системы государственного санитарно-эпидемиологического нормирования

[2] Р 1.1.003-96 Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования. Руководство. Общие требования к построению, изложению и оформлению нормативных и методических документов системы государственного санитарно-эпидемиологического нормирования

[3] РМГ60-2003 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

[4] Вредные химические вещества в ракетно-космической отрасли. Справочник. Под общей редакцией проф., д.м.н. В.В. Уйба. Москва, 2011 г.

[5] ТУ 3-3.2164-89 Фотометр фотоэлектрический КФК-3

[6] ТУ 25-7713-89 Весы лабораторные электронные 4-го класса модели ВЛЭ 134

[7] ТУ У 33.14310460-107-2001 Штатив лабораторный ШЛ-02

[8] ТУ У 25.2-14307481-046:2008 Штативы для пробирок П-10, П-20, П-40

[9] ТУ 9452-002-22213860-00 Дистиллятор ДЭ-40

[10] ТУ 6-09-1426-84 Диметиламин, ч. 33%

[11] ТУ 2642-001-33813273-97 Стандарт титры

[12] ТУ 6-09-5169-84 Метиловый красный, индикатор (метилрот)

[13] ТУ 6-09-07-938-77 1,2-Нафтохинон-4-сульфокислоты натриевая соль. Реактив Фолина

ПРИЛОЖЕНИЕ

РАСЧЕТ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК АТТЕСТОВАННЫХ РАСТВОРОВ ДИМЕТИЛАМИНА

Расчет аттестованных значений массовых концентраций диметиламина и характеристик погрешности аттестованных значений производится в соответствии с РМГ 60.

1 Расчет значений массовых концентраций диметиламина и характеристик погрешности аттестованных растворов при использовании диметиламин гидрохлорида

1.1 Расчет аттестованного значения и характеристик погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 1

1.1.1 Расчет аттестованного значения

Основной и рабочий раствор № 1 готовят, как описано в п.п.9.2.1.1 и 9.2.1.2.

Аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 1 рассчитывают по формуле:

$$a_1 = \frac{\mu \cdot m \cdot V_2 \cdot 1000}{100\% \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot 1,808}, \quad \text{мкг/см}^3,$$

где: μ - массовая доля основного вещества (диметиламин гидрохлорида) в продукте, %; μ = 99,9 % (значение μ приводится в сертификате на продукт)

m - масса навески диметиламин гидрохлорида, взятой для приготовления основного раствора, мг; m = 180,8 мг;

V_1 - объем приготовленного основного раствора, см^3; V_1 = 100 см^3;

V_2 - объем основного раствора, взятого для приготовления аттестованного рабочего раствора, см^3; V_2 = 1 см^3;

V_3 - объем приготовленного аттестованного рабочего раствора, см^3; V_3 = 100 см^3;

1,808 - коэффициент пересчета массы диметиламин гидрохлорида на диметиламин.

Аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 1 составляет 10,0 мкг/см^3.

1.1.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 1 производят по формуле:

$$\Delta_1 = a_1 \sqrt{\left(\frac{\Delta\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_3}{V_3}\right)^2}, \text{ мкг/см}^3,$$

где: $\Delta\mu$ - характеристика погрешности установления массовой доли диметиламина в продукте, % $[\Delta\mu = (100 - \mu)\%]$; $\Delta\mu = 0,1$;

Δm - характеристика погрешности взвешивания при установлении массы диметиламина для приготовления основного раствора, мг; $\Delta m = 0,75$ мг;

ΔV_1 - характеристика погрешности установления объема V_1 (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см^3; $\Delta V_1 = 0,2$ см^3;

ΔV_2 - характеристика погрешности установления объема V_2 (предел допускаемой погрешности объема пипетки), см^3; $\Delta V_2 = 0,01$ см^3;

ΔV_3 - характеристика погрешности установления объема V_3 (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см^3; $\Delta V_3 = 0,2$ см^3.

Характеристика погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 1 составляет 0,0427 мкг/см^3 или 0,43%.

1.2 Расчет аттестованного значения и характеристик погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 2

1.1.1 Расчет аттестованного значения

Рабочий раствор № 2 готовят, как описано в п.9.2.1.3.

Аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 2 рассчитывают по формуле:

$$a_2 = a_1 \frac{V_4}{V_5}, \text{ мкг/см}^3,$$

где: V_4 - объем аттестованного рабочего раствора № 1, взятого для приготовления рабочего раствора № 2, см^3;

V_5 - объем приготовленного рабочего раствора № 2, см^3.

Аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 2 составляет 1,0 мкг/см^3.

1.2.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 2 производят по формуле:

$$\Delta_2 = a_2 \sqrt{\left(\frac{\Delta_1}{a_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_4}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_5}{V_5}\right)^2}, \text{ мкг/см}^3,$$

где: ΔV_4 - характеристика погрешности установления объема V_4 (предел допускаемой погрешности объема пипетки), см^3; $\Delta V_4 = 0,05$ см^3;

ΔV_5 – характеристика погрешности установления объема V_5 предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см^3; ΔV_5 = 0,2 см^3.

Характеристика погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 2 составляет 0,0069 мкг/см^3 или 0,69%.

2 Расчет значений массовых концентраций диметиламина и характеристик погрешности аттестованных растворов при использовании 33% диметиламин

2.1 Расчет аттестованного значения и характеристик погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 1

2.1.1 Расчет аттестованного значения

Основной и рабочий раствор № 1 готовят, как описано в п.п.9.2.2.1 и 9.2.2.2.

Аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 1 рассчитывают по формуле:

$$a_1 = \frac{a_0 \cdot V_2}{V_3} = \frac{V_0 \cdot m \cdot V_2}{V_3 \cdot V_1}, \text{ мг/см}^3 \text{ или мкг/см}^3,$$

где: V_0 - количество соляной кислоты, пошедшее на титрование, см^3;

m - масса диметиламина, эквивалентная 1 см^3 раствора соляной кислоты мг, m = 4,5 мг, (405 мг/см^3);

V_1 - объем пробы, взятой на титрование, см^3;

V_2 - объем приготовленного рабочего раствора № 1, см^3;

V_3 - объем основного раствора, взятого для приготовления рабочего раствора № 1, см^3.

Аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 1 составляет 10,0 мкг/см^3.

2.1.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 1 производят по формуле:

$$\Delta = a_1 \sqrt{\left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_0}{V_0}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_3}{V_3}\right)^2}, \quad \text{мг/см}^3 \text{ или мкг/см}^3,$$

где: Δm - характеристика погрешности расчета массы диметиламина, эквивалентной 1 см^3 раствора соляной кислоты, мг; $\Delta m = 0$;

ΔV_0 - характеристика погрешности установления объема V_0 (предел допускаемой погрешности объема бюретки), $см^3$;

ΔV_1 - характеристика погрешности установления объема V_1 (предел допускаемой погрешности объема пипетки), $см^3$;

ΔV_2 - характеристика погрешности установления объема V_2 (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), $см^3$;

ΔV_3 - характеристика погрешности установления объема V_3 (предел допускаемой погрешности вместимости пипетки), $см^3$.

2.2 Расчет аттестованного значения и характеристик погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 2

2.2.1 Расчет аттестованного значения

Рабочий раствор № 2 готовят, как описано в п.9.2.2.3.

Аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 2 рассчитывают по формуле:

$$a_2 = a_1 \frac{V_4}{V_5}, \text{ мкг/см}^3,$$

где: ΔV_4 - объем аттестованного рабочего раствора № 1, взятого для приготовления рабочего раствора № 2, $см^3$;

ΔV_5 - объем приготовленного рабочего раствора № 2, $см^3$.

Аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 2 составляет 1,0 $мкг/см^3$.

2.2.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 2 производят по формуле:

$$\Delta_2 = a_2 \sqrt{\left(\frac{\Delta_1}{a_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_4}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_5}{V_5}\right)^2}, \text{ мкг/см}^3,$$

где: ΔV_4 - характеристика погрешности установления объема V_4 (предел допускаемой погрешности объема пипетки), $см^3$; $\Delta V_4 = 0{,}05$ $см^3$;

ΔV_5 - характеристика погрешности установления объема V_5 (предел допускаемой вместимости колбы), $см^3$; $\Delta V_5 = 0{,}2$ $см^3$.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
(Росстандарт)
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)
Государственный научный метрологический институт

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 222.0164/01.00258/2012

Методика измерений массовой концентрации диметиламина в пробах питьевых,
наименование методики, включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости,
природных, очищенных сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом,
объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений

предназначенная для применения в лабораториях научно-исследовательских
область использования
организаций и центров гигиены и эпидемиологии ФМБА России,

разработанная ФГУ "ФМБЦ им. А.И.Бурназяна" ФМБА России (123182, Москва,
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику
ул. Живописная, 46)

и содержащаяся в Методических указаниях по методам контроля ФМБА России
обозначение и наименование документа, содержащего методику, год утверждения, число страниц
"Методика измерений массовой концентрации диметиламина в питьевых природных,

очищенных сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом", год утверждения 2012,

на 28 стр.

Методика аттестована в соответствии с ФЗ № 102 "Об обеспечении единства измерений" и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по
теоретических и (или) экспериментальных исследований
разработке методики измерений и экспериментальных исследований.

В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений
нормативно-правовой документ в области обеспечения единства измерений (при наличии) и ГОСТ Р 8.563
соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л.

Зам. директора по научной работе **С.В.Медведевских**

Зав. лабораторией **О.Б. Пономарева**

Дата выдачи 17.07.2012

Рекомендуемый срок пересмотра методики измерений: 17.07.2017

М.П.

Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
Тел.: (343) 350-26-18, факс: (343) 350-20-39. E-mail: uniim@uniim.ru

МЕТРОН

Приложение к свидетельству № 222.0164/01.00258 / 2012 об аттестации методики измерений массовой концентрации диметиламина в пробах питьевых, природных, очищенных сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом

1 Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, воспроизводимости и повторяемости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r,%	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R,%	Показатель правильности (граница относительной систематической погрешности методики при доверительной вероятности P=0.95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности методики при доверительной вероятности P=0.95), $\pm\delta$, %
от 0.03 до 10.0 вкл.	8	12	9	25

2 Значения предела повторяемости, предела воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0.03 до 10.0 вкл.	22	33

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности);

Алгоритм контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Вед. инженер ФГУП «УНИИМ»,
эксперт-метролог
(сертификат RUM 02.33.00219-2) Белобородова Г.И.

Дата выдачи: 17.07.2012

gost.e-ecolog.ru